




Process for the treatment of liquid manure coming from the excrement of cattle bred for profit

Patent number: FR2576741
Publication date: 1986-08-08
Inventor: BROZ ZDENEK; MOSTECKY JIRI; CERMAK JAN;
CERVENKA JAN
Applicant: CESKOSLOVENSKA AKADEMIE VED (CS)
Classification:
- international: A01C3/00; C02F11/04; C05C3/00
- european: A01C3/00, C01C1/26, C02F1/58N, C05F3/00
Application number: FR19860001561 19860205
Priority number(s): CS19850000791 19850206

Also published as:

 DE3603739 (A)

Abstract of **FR2576741**

Process for the preparation of liquid manure from cattle excrement, if appropriate after fermentation resulting in the production of methane, the liquid manure first being alkalised with lime, before the separation of the sludge obtained and the conveyance of the residual water at the head of a rectifying column, in which the ammonia is driven off by steam, of which the condensation with the ammonia gives ammonia water, in which the ammonia is fixed to carbon dioxide to give ammonium carbonate as a result of the contact of the ammonia water with the biogas or with the fumes obtained as a result of the combustion of the biogas, the residual water being sterilised during the extraction of the ammonia.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication : **2 576 741**
(à utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national : **86 01561**

⑤1 Int Cl⁴ : A 01 C 3/00; C 02 F 11/04; C 05 C 3/00.

①2 **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION** A1

②2 Date de dépôt : 5 février 1986.

③0 Priorité : CS, 6 février 1985, n° PV 791-85.

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 32 du 8 août 1986.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés :

⑦1 Demandeur(s) : ČESKOSLOVENSKÁ AKADEMIE VĚD In-
stitution d'Etat — CS.

⑦2 Inventeur(s) : Jan Červenka, Zdeněk Brož, Jiří Mostecký
et Jan Černak.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : Cabinet Bonnet-Thirion, G. Foldés.

⑤4 Procédé de traitement de lisier provenant d'excréments de bétail de rapport.

⑤7 Procédé pour la préparation de lisier à partir d'excréments
de bétail, éventuellement après fermentation conduisant à la
production de méthane, le lisier étant d'abord alcalinisé à la
chaux, avant séparation de la boue obtenue et envoi de l'eau
résiduaire en tête d'une colonne de rectification dans laquelle
l'ammoniac est entraîné à la vapeur d'eau, dont la condensa-
tion avec l'ammoniac donne de l'eau ammoniacuée, dans la-
quelle l'ammoniac est fixé sur de l'anhydride carbonique pour
donner du carbonate d'ammonium, par contact de l'eau ammo-
niacquée avec le biogaz ou avec les fumées obtenues par la
combustion du biogaz, l'eau résiduaire étant stérilisée lors de
l'extraction de l'ammoniac.

FR 2 576 741 - A1

BS

⑬ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

⑪ N° de publication : **2 576 741**
(à utiliser que pour les
commandes de reproduction)

⑫ N° d'enregistrement national : **86 01561**

⑮ Int Cl* : A 01 C 3/00; C 02 F 11/04; C 05 C 3/00.

⑫ **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

A1

⑫ Date de dépôt : 5 février 1986.

⑬ Priorité : CS, 6 février 1985, n° PV 791-85.

⑭ Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 32 du 8 août 1986.

⑮ Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés :

⑪ Demandeur(s) : ČESKOSLOVENSKÁ AKADEMIE VĚD In-
stitution d'Etat — CS.

⑫ Inventeur(s) : Jan Červenka, Zdeněk Brož, Jiří Mostecký
et Jan Čermák.

⑬ Titulaire(s) :

⑭ Mandataire(s) : Cabinet Bonnet-Thirion, G. Foldés.

⑮ Procédé de traitement de lisier provenant d'excréments de bétail de rapport.

⑮ Procédé pour la préparation de lisier à partir d'excréments
de bétail, éventuellement après fermentation conduisant à la
production de méthane, le lisier étant d'abord alcalinisé à la
chaux, avant séparation de la boue obtenue et envoi de l'eau
résiduaire en tête d'une colonne de rectification dans laquelle
l'ammoniac est entraîné à la vapeur d'eau, dont la condensa-
tion avec l'ammoniac donne de l'eau ammoniacale, dans la-
quelle l'ammoniac est fixé sur de l'anhydride carbonique pour
donner du carbonate d'ammonium, par contact de l'eau ammo-
niacale avec le biogaz ou avec les fumées obtenues par la
combustion du biogaz, l'eau résiduaire étant stérilisée lors de
l'extraction de l'ammoniac.

FR 2 576 741 - A1

L'invention concerne un procédé pour le traitement du lisier provenant d'excréments de bétail de rapport, et éventuellement d'un lisier qui a subi au préalable une fermentation avec production de méthane.

Le lisier, ou fumier liquide, s'obtient dans les étables à aire non-paillée. C'est surtout dans l'élevage porcin que l'on a les quantités de lisier les plus importantes, mais on a aussi une forte production à partir de bovins, et éventuellement de poules pondeuses. Les problèmes liés à l'utilisation du lisier limitent l'agrandissement des élevages de grande capacité. A l'heure actuelle, on utilise avec de faibles variantes les procédés suivants pour l'utilisation ou le traitement du lisier.

Le premier procédé, le plus simple, consiste à transporter directement le lisier, tel quel, sur les champs. Dans cette technique, on exploite tant les propriétés fertilisantes du lisier, qui augmentent la fertilité du sol, que les propriétés de sorption du sol, qui assurent l'absorption du lisier. Mais ce procédé présente d'importants inconvénients. Pendant la période végétative, il n'est pas possible d'appliquer le lisier sur les sols pendant 100 jours, ou même plus, et il faut construire des cuves de stockage exigeant des investissements élevés. De plus, le coût de ces installations, rapporté à l'unité de masse de lisier, augmente avec la distance de l'étable à la cuve, du fait des problèmes de transport. Dans le cas du lisier de porc dilué, son application sur les sols, du point de vue de la fertilité de ces derniers, présente un double aspect, positif et négatif, ce dernier étant toutefois prépondérant : comme le lisier présente une forte contamination bactériologique, il existe un risque de propagation de maladies infectieuses. En cas de surfertilisation, forte pluie ou dégel imprévu, on en arrive à une forte contamination, par le lisier, des eaux superficielles et éventuellement aussi des eaux souterraines.

Le deuxième procédé est une épuration biologique dans des conditions aérobies. Ici, on fait appel à une séparation

- mécanique pour séparer du lisier une partie solide, apte au compostage, la séparation donnant aussi un résidu liquide. Ces eaux résiduaires sont envoyées dans une installation de clarification biologique aérobie, où se produit une dégradation d'une part importante des impuretés organiques et azotées. Mais même ce procédé présente des inconvénients : une installation destinée à la mise en oeuvre de ce procédé exige toujours un investissement important, et, dans la plupart des cas, sa consommation d'énergie est elle aussi très importante.
- 10 Une part élevée des substances organiques, de même que la majorité des autres substances fertilisantes présentant un intérêt, ou bien sont détruites, ou bien passent dans l'installation de clarification sans être exploitées. En hiver, où l'activité biologique des microorganismes est plus faible,
- 15 l'efficacité de l'épuration n'est pas satisfaisante.

- Le troisième procédé est une combinaison de la fermentation avec dégagement de méthane et d'une post-épuration aérobie. C'est actuellement la solution techniquement la plus parfaite. Lors de la fermentation avec dégagement de méthane,
- 20 les bactéries aérobies produisent dans le fermenteur, à des températures comprises entre 35 et 40°C, ce que l'on appelle le biogaz, c'est-à-dire un mélange d'environ 65 % de méthane et de 35 % d'anhydride carbonique. Le temps moyen de séjour du lisier dans le fermenteur est de 15 à 20 jours. Pour maintenir
- 25 la température requise, il est nécessaire d'amener de l'énergie calorifique au fermenteur, énergie obtenue grâce à une combustion du biogaz. Cette opération provoque, dans le lisier traité, une décomposition tellement importante des substances carbonées dégradables, que le rapport entre ces substances et
- 30 les constituants azotés tombe en-dessous d'une valeur critique, laquelle doit être absolument respectée pour que les bactéries fonctionnent convenablement lors de la post-épuration aérobie. On peut résoudre ce problème soit en ajoutant une substance carbonée dégradable (par exemple le méthanol), soit en diminuant la teneur en substances azotées, par élimination de
- 35 l'ammoniac. La deuxième possibilité est plus intéressante. L'eau résiduaire, obtenue après la fermentation avec dégagement de méthane, la séparation mécanique de la partie solide,

et après l'élimination de l'ammoniac, peut subir une post-
épuration aérobie, moyennant des investissements nettement
plus faibles que le lisier brut après seulement une séparation
mécanique. Un avantage de ce procédé de traitement du lisier
5 réside dans le fait que l'on obtient une source d'énergie
intéressante - le biogaz - après une décomposition partielle
des substances organiques ; lors de l'opération d'élimination
de l'ammoniac, on obtient alors un engrais ammonié enrichi.
Présentent un inconvénient les investissements élevés, notam-
10 ment pour la fermentation avec dégagement de méthane.

Pour enrichir en ammoniac, on ajoute de la chaux aux eaux
résiduelles, après leur filtration, ce qui provoque une préci-
pitation de l'anhydride carbonique dans les eaux résiduelles
sous la forme de carbonate de calcium, l'ammoniac se dégageant
15 des liaisons chimiques. Les eaux résiduelles contenant de
l'ammoniac libre sont introduites en tête d'une colonne de
désorption. Les eaux résiduelles s'écoulent dans la colonne
de désorption sous l'effet de la gravité, en traversant un
garnissage à fort volume libre. L'ammoniac est extrait de l'eau
20 par soufflage provoqué par de l'air, entraîné par un ventila-
teur et s'écoulant à contre-courant. L'air contenant l'ammo-
niac est envoyé dans un absorbeur de construction identique à
celle de la colonne de désorption, absorbeur dans lequel
l'ammoniac est extrait de l'air par absorption pour entrer
25 en solution avec un acide fort, de préférence l'acide phospho-
rique, acide fort qui est introduit dans la partie supérieure
de l'absorbeur. On soutire au fond de l'absorbeur un engrais
liquide, le phosphate d'ammonium, et en tête de l'air désammo-
niacé. L'air sortant de la partie supérieure de l'absorbeur
30 est envoyé dans la partie inférieure de la colonne de désorp-
tion, de façon à circuler en circuit fermé. Dans la colonne de
désorption, près de 90 % de l'ammoniac se dégagent de l'eau
résiduelle, et l'eau sortant de la partie inférieure de la
colonne de désorption est envoyée à l'unité de post-épuration
35 biologique aérobie. Ce procédé présente l'avantage d'exiger un
faible apport d'énergie pour assurer la circulation de l'air
dans la colonne de désorption et l'absorbeur. Il présente
l'inconvénient d'exiger, du fait de la bonne solubilité de

l'ammoniac dans l'eau, un débit important d'air circulant, ce qui conduit à des dimensions importantes de la colonne de désorption et de l'absorbeur et, de ce fait, à des investissements élevés. Il faut citer un autre inconvénient, qui réside dans le fait que l'on introduit dans le procédé un acide fort, c'est-à-dire un produit chimique avec la manipulation duquel les paysans ne sont pas habitués. L'acide phosphorique recommandé est cher. Son remplacement, par exemple par de l'acide sulfurique plus courant, ne convient pas car le sol s'acidifie lors d'une fertilisation au sulfate d'ammonium.

Dans un autre procédé, on extrait directement le carbonate d'ammonium de l'eau résiduaire, par épuisement. On peut effectuer cette opération à la vapeur d'eau, au point d'ébullition. L'eau résiduaire est introduite en tête d'une colonne d'épuisement, puis descend de haut en bas dans cette colonne. Dans les conditions d'ébullition, le carbonate d'ammonium se décompose de plus en plus, et les constituants, c'est-à-dire l'anhydride carbonique et l'ammoniac, passent dans la vapeur d'eau, laquelle s'écoule à contre-courant. Le mélange de vapeurs sortant en tête de la colonne d'épuisement est envoyé dans une colonne d'enrichissement, dans laquelle se produit une augmentation du pourcentage d'anhydride carbonique et d'ammoniac, et une diminution de la teneur en eau. Le liquide nécessaire au reflux dans la colonne d'enrichissement est obtenu par condensation partielle du mélange de vapeurs dans un déflegmateur. Le mélange de gaz sortant du déflegmateur arrive dans un condenseur, dans lequel du carbonate d'ammonium solide se sépare par condensation. Un avantage de ce procédé réside dans le fait que, dans le procédé d'enrichissement en ammoniac, on n'introduit aucun autre produit chimique. Du fait que la volatilité du carbonate d'ammonium, lors de son épuisement par la vapeur d'eau au point d'ébullition, est plus élevée que ce que l'on a lors de la libération de l'ammoniac sous l'effet de l'air dans les conditions normales, les dimensions de la colonne d'épuisement et de la colonne d'enrichissement, dans ce procédé, sont de beaucoup plus faibles que celles de la colonne de désorption du procédé décrit ci-dessus. Un inconvénient réside dans le fait que, pour obtenir la vapeur d'eau qui provoque

l'épuisement du carbonate d'ammonium, on a besoin d'une quantité de chaleur correspondant pratiquement à la totalité de la production de biogaz. Il faut y ajouter un problème qui techniquement est difficile à résoudre, savoir la condensation
5 du carbonate d'ammonium solide.

Le procédé de traitement du lisier selon la présente invention élimine pratiquement les inconvénients des procédés mentionnés ci-dessus. Dans le procédé de traitement du lisier selon l'invention, le lisier, après une séparation mécanique
10 des constituants solides, est alcalinisé par addition de chaux. L'eau résiduaire, obtenue après séparation mécanique de la partie solide se trouvant dans le lisier brut, et éventuellement dans le lisier après fermentation conduisant à un dégagement de méthane, contient des substances azotées, essentiellement
15 sous la forme de l'hydrogénocarbonate d'ammonium. L'addition de chaux conduit à une réaction de précipitation entre l'hydroxyde de calcium et les ions carbonate. Ces réactions de précipitation ont un double effet : tout d'abord, l'ammoniac est libéré des liaisons chimiques, ce qui multiplie par deux à trois sa
20 pression de vapeur au-dessus de l'eau résiduaire (et ce, selon la valeur absolue de la teneur de l'eau résiduaire en ammoniac, selon la température, etc.). La quantité d'énergie nécessaire à l'entraînement de l'ammoniac pour l'extraire de l'eau résiduaire diminue proportionnellement à l'augmentation de la pression
25 de vapeur. Le deuxième effet est le suivant : le carbonate de calcium précipité se lie aux fines impuretés organiques non-dissoutes, qui ont passé dans l'eau résiduaire même après la séparation mécanique. Le précipité se sédimente bien, et on peut le séparer simplement, par exemple par sédimentation, de l'eau
30 résiduaire. La boue qui se décante est renvoyée à l'unité de séparation mécanique, pour épaissement.

Pour mesurer les impuretés carbonées organiques, on pourra utiliser par exemple la demande biochimique en oxygène (DBO) permettant la décomposition des impuretés contenues dans l'eau.
35 La DBO s'exprime en milligrammes d'oxygène nécessaires pour décomposer les impuretés contenues dans un kilogramme d'eau. Alors que l'eau résiduaire, avant addition de la chaux, présente une DBO d'environ 5000 à 25 000, la DBO tombe à environ 2500 à

2700 après épuration sous l'effet de la réaction de précipitation à la chaux. Si on ajoute à l'eau résiduaire un flocculant ou un agent de coagulation, il se crée une précipitation, suivie d'une sédimentation des substances colloïdales, la

5 DBO de l'eau résiduaire tombant alors à 600 à 1400. Outre des substances carbonées, le produit de précipitation reçoit au moins 99 % du phosphore présent.

L'eau résiduaire alcalinisée est préchauffée dans un échangeur de chaleur, et ce aussi près que possible de son

10 point d'ébullition. Puis elle est injectée en tête de la partie épuisement d'une colonne de rectification. Dans cette dernière, l'eau résiduaire est mise en contact à contre-courant avec de la vapeur d'eau. L'ammoniac passe alors de l'eau résiduaire en phase vapeur, ce qui diminue la teneur de l'eau

15 résiduaire en ammoniac. L'eau résiduaire, dont la teneur en ammoniac a diminué, sort de la partie inférieure de la partie épuisement de la colonne de rectification pour arriver dans sa cornue, où elle reçoit un apport de chaleur, et où il se dégage de la vapeur d'eau dont la teneur en ammoniac correspond

20 à sa volatilité relative et à sa teneur résiduelle dans l'eau résiduaire. L'eau résiduaire désammoniaquée sort de la cornue de la colonne, arrive dans un échangeur de chaleur, où elle cède son énergie calorifique à l'eau résiduaire injectée dans la colonne de rectification. Puis on la refroidit et on l'ex-

25 trait de l'étage de séparation de l'ammoniac. On peut avoir une autre disposition, dans laquelle la vapeur d'eau destinée à la colonne de rectification est préparée à partir d'une eau différente, l'eau résiduaire étant extraite dans la partie inférieure de la colonne sans s'être écoulée dans la cornue.

30 L'eau résiduaire sortant de la colonne d'épuisement et de la cornue a une température de 100°C, et elle peut être stérilisée à cette température. Le temps de séjour de l'eau résiduaire dans la cornue peut être ajusté en fonction du débit de l'eau résiduaire à travers la cornue, et selon les spécifications des spécialistes de l'hygiène, grâce au choix du

35 volume de la cornue, à une valeur assurant sa stérilisation. Si on a un temps de séjour de 10 minutes, toutes les formes bactériennes végétatives sont détruites.

La vapeur d'eau contenant de l'ammoniac et extraite en tête de la colonne d'épuisement arrive dans la partie enrichissement de la colonne de rectification, où il se crée un enrichissement en ammoniac grâce à un contact à contre-

5 courant avec le reflux. Le mélange de vapeurs sortant en tête de la colonne d'enrichissement est envoyé dans un condenseur, où il se condense complètement en eau ammoniacuée. Une partie de l'eau ammoniacuée est renvoyée en tête de la partie enrichissement de la colonne, pour former le reflux. L'eau ammo-

10 niacuée restante est évacuée pour subir un autre traitement.

La chaleur qui s'est libérée par la condensation du mélange de vapeurs dans le condenseur représente une partie importante de l'énergie amenée dans la cornue. Dans le condenseur, cette chaleur est transmise à un fluide de refroidissement, et

15 elle peut être utilisée de nouveau. Un procédé permettant son utilisation consiste par exemple à envoyer dans le condenseur, en tant que fluide de refroidissement, de l'eau froide destinée à la préparation d'eau industrielle chaude. C'est ainsi qu'on peut chauffer l'eau à des températures de 85 à 90°C. On

20 peut aussi utiliser la chaleur de condensation du mélange de vapeurs pour chauffer l'eau qui circule dans des systèmes de chauffage central. Une condition préalable, dans ce cas, réside dans le fait que l'eau circulante refroidie ait à l'entrée dans le condenseur une température inférieure à 55 à

25 60°C. L'eau en circulation peut alors être chauffée à une température de 85 à 90°C. Avant d'installer en amont une unité de fermentation donnant du méthane, il est avantageux d'utiliser comme fluide de refroidissement le lisier sortant du fermenteur. La quantité de chaleur enlevée dans le condenseur corres-

30 pond grossièrement à la chaleur qui doit être amenée dans le fermenteur pour maintenir la température optimale permettant une fermentation avec production de méthane, si l'on ne tient pas compte du procédé d'enrichissement en ammoniac. On peut ainsi chauffer avantageusement le contenu du fermenteur avec la

35 chaleur de condensation de la vapeur, ce qui permet de diminuer la teneur en ammoniac de l'eau résiduaire par entraînement à la vapeur d'eau, pratiquement sans consommer de chaleur. Dans le cadre d'une utilisation rationnelle de la chaleur de

condensation, la quantité de la chaleur consommée d'une manière irréversible pour la séparation de l'ammoniac est faible (25 à 45 MJ par tonne d'eau résiduaire). Le produit de la partie enrichissement de la colonne de rectification est l'eau ammoniacuée (qui contient en règle générale de 8 à 10 % en masse d'ammoniac). L'eau ammoniacuée ne convient pas à une fertilisation directe, car, lors de son utilisation, il se crée des pertes considérables d'ammoniac sous l'effet de son évaporation dans l'atmosphère. L'ammoniac contenu dans l'eau ammoniacuée peut être chimiquement fixé à un composant acide, lequel est en général disponible dans le procédé utilisé, et ce à l'aide d'anhydride carbonique, lequel se trouve dans les fumées (produits de combustion) qui se produisent de la production de la chaleur nécessaire à l'élimination de l'ammoniac dans la colonne de rectification, par combustion de substances carbonées. On utilise l'anhydride carbonique en mettant l'eau ammoniacuée en contact avec les fumées à l'intérieur d'un absorbeur. Il se déroule dans ce dernier une réaction chimique, dans laquelle l'anhydride carbonique provenant des fumées passe dans l'eau ammoniacuée et fixe chimiquement l'anhydride carbonique.

Lors du traitement du lisier après une fermentation destinée à produire du méthane, il est avantageux d'utiliser le biogaz comme source d'anhydride carbonique. On extrait de ce fait, du biogaz, une partie des impuretés, avec aussi une désulfuration à plus de 90 %. La réaction de l'ammoniac sur l'anhydride carbonique provoque un dégagement de chaleur, cette chaleur étant évacuée de l'absorbeur par refroidissement, la phase liquide étant alors maintenue à une température de 20°C ou moins.

De l'absorbeur sort en tant que phase liquide une solution enrichie (concentrée) d'ammoniac fixé à de l'anhydride carbonique - mélange de carbonate d'ammonium normal et de carbonate d'ammonium acide. La pression de vapeur de l'ammoniac (et donc aussi le dégagement de l'ammoniac lors de l'application) au-dessus d'une solution présentant un rapport molaire entre l'anhydride carbonique et l'ammoniac compris entre 0,5 et 0,8 pour une teneur en ammoniac de 8 à 10 % en poids NH_3 et à des

températures de 20°C, est d'environ 15 à 20 fois plus faible que la pression de vapeur de l'ammoniac sur l'eau ammoniacuée présentant une concentration identique de l'ammoniac. C'est aussi selon ce même rapport que diminue le dégagement de l'ammoniac lors de l'application.

La teneur de l'eau résiduaire en ammoniac est abaissée en règle générale à 10 % de sa valeur initiale, et moins. Si les substances colloïdales ont été éliminées de la phase liquide par addition d'un flocculant ou d'un agent de coagulation, mais non lors de l'addition de chaux, et si leur élimination, du point de vue de la contamination, doit être considérée comme utile à la post-épuration biologique effectuée ensuite, on peut aussi les éliminer de l'eau résiduaire désammoniacuée, par flocculation. Les paramètres des impuretés organiques restant dans l'eau résiduaire ayant subi les étapes technologiques du traitement du lisier selon la présente invention correspondent approximativement, après élimination des substances colloïdales aux paramètres des eaux résiduaires provenant des installations municipales et des utilisations domestiques, et ils sont en général meilleurs que ceux de l'eau pure provenant d'installations de clarification aérobie autonomes qui traitent le lisier en hiver.

Le procédé de traitement de lisier à partir d'excréments de bétail de rapport selon l'invention permet d'obtenir les résultats suivants :

- Diminution de la teneur du lisier en impuretés, d'environ 80 à 90 % dans le cas des substances carbonées organiques, d'environ 90 % dans le cas des substances azotées, et d'environ 99 % dans le cas du phosphore. Les substances carbonées organiques et le phosphore passent alors dans le compost enrichi en carbonate de calcium, et les constituants azotés passent dans un engrais concentré contenant de l'ammonium.

- L'eau contenue dans le lisier est stérilisée lors de son traitement selon l'invention.

- Les frais d'investissement, pour le procédé de traitement du lisier selon la présente invention, complété par une post-épuration aérobie, sont nettement plus faibles que ceux exigés pour une épuration aérobie autonome du lisier ou pour

une épuration aérobie combinée avec une unité de séparation de l'ammoniac et une post-épuration aérobie.

- On obtient un engrais ammoniacal de beaucoup plus stable que l'eau ammoniacuée sans addition d'un acide fort.

- 5 - Si l'on a installé en amont une unité de fermentation donnant du méthane, et si la source d'anhydride carbonique utilisée est le biogaz, on élimine du biogaz une part importante des impuretés, essentiellement l'anhydride carbonique, avec désulfuration du biogaz, ce qui augmente considérablement sa valeur.
- 10

- L'invention concerne donc un procédé pour le traitement du lisier provenant d'excréments de bétail de rapport, le lisier ayant éventuellement subi une fermentation préalable pour élimination du méthane. On alcalinise, par mélange avec
- 15 de la chaux, le lisier ou l'eau résiduaire provenant du lisier après séparation d'une partie liquide. La boue obtenue est séparée, et l'eau résiduaire subit un préchauffage dans un échangeur de chaleur avant d'être envoyée en tête de la partie épuisement d'une colonne de rectification. Dans la
- 20 colonne d'épuisement, l'ammoniac est extrait de l'eau résiduaire alcalinisée, par un contact à contre-courant avec de la vapeur d'eau. L'eau résiduaire, à teneur réduite en ammoniac, sort de la colonne d'épuisement, arrive dans la cornue, dans laquelle est produite la vapeur d'eau nécessaire à
- 25 l'entraînement de l'ammoniac. L'eau résiduaire à teneur réduite en ammoniac sortant de la cornue passe sur un échangeur de chaleur, qui cède sa chaleur à l'eau résiduaire qui s'écoule en tête de la partie épuisement de la colonne de rectification, avant de sortir du procédé. L'eau résiduaire à teneur réduite
- 30 en ammoniac peut aussi être évacuée du procédé sans pénétrer dans la cornue. Dans ce cas, la vapeur d'eau nécessaire à l'entraînement de l'ammoniac est amenée à partir d'une autre source. Le mélange de vapeur d'eau et d'ammoniac provenant de la tête de la partie épuisement de la colonne est
- 35 envoyé dans le condenseur après avoir traversé la partie enrichissement de la colonne. Dans la partie enrichissement de la colonne, on a une augmentation de la teneur en ammoniac dans le mélange de vapeur d'eau et d'ammoniac, lors du contact

à contre-courant avec le reflux formé par une partie de l'eau ammoniacuée sortant du condenseur. Dans ce dernier a lieu la condensation du mélange de vapeur d'eau et d'ammoniac, avec formation d'eau ammoniacuée. Une partie de l'eau ammoniacuée est renvoyée dans la partie enrichissement de la colonne en tant que reflux, le reste s'écoule dans l'absorbeur, où il est mis en contact avec des gaz contenant de l'anhydride carbonique. Ces gaz sont soit des fumées, c'est-à-dire des produits provenant de la combustion de substances carbonées lors de la production de l'énergie amenée dans le procédé, ou bien on utilise du biogaz si l'on a installé en amont une unité de fermentation pour production de méthane. L'anhydride carbonique entre alors en solution et se fixe chimiquement à l'ammoniac. Sort de l'absorbeur une solution d'ammoniac chimiquement lié par l'anhydride carbonique, sous la forme de carbonate d'ammonium technique (mélange de carbonate d'ammonium normal et de carbonate d'ammonium acide). L'énergie libérée lors de la condensation du mélange de vapeur d'eau et d'ammoniac dans le condenseur est utilisée pour préparer de l'eau industrielle chaude et, si une unité de fermentation pour production de méthane a été installée en amont, pour chauffer le fermenteur.

L'invention sera mieux comprise en regard des exemples ci-après, qui concernent le procédé de traitement d'un lisier mixte provenant d'un gros élevage de porcs et de bovins, ainsi que d'équipements sociaux installés dans la zone d'une commune agricole.

Exemple 1

La production journalière de lisier était de 100 tonnes, avec 1,5 kg de NH_3 par tonne de lisier, 20 kg de substances insolubles par tonne de lisier, et des impuretés chimiques correspondant à une DBO de 10 000. La consommation de chaux était de 0,7 tonne par jour de chaux calcinée pulvérulente contenant 90 % de CaO . Après la réaction de précipitation, on a utilisé une unité de décantation continue pour séparer du lisier en tant que substances solides 80 kg de substances insolubles par tonne de boue ; on a en outre obtenu une eau résiduaire, pratiquement sans impuretés solides. Il est vrai

que cette eau contenait, outre les substances en solution, des impuretés colloïdales et de l'ammoniac libre ; sa DBO était de 2500. On a séparé des boues, à l'aide d'un filtre à bande, un compost à 30 % d'extrait sec, à raison de 10 tonnes/jour. Après préchauffage dans un échangeur de chaleur, l'eau résiduaire a été injectée dans une colonne de rectification, dans laquelle la teneur de l'eau résiduaire en ammoniac est tombée à 0,15 kg/tonne. L'eau résiduaire désammoniaquée a cédé sa chaleur dans un échangeur de chaleur, avant de s'écouler dans l'unité de post-épuration aérobie. On a soutiré aussi, de la colonne de rectification, 1,23 tonne/jour d'eau ammoniacée contenant 100 kg de NH_3 /tonne. Dans un absorbeur, on a mis en contact l'eau ammoniacée avec des fumées contenant 8 % en volume de CO_2 . On a obtenu en sortie de l'absorbeur un engrais liquide, solution de carbonate d'ammonium technique présentant un rapport molaire $\text{CO}_2:\text{NH}_3 = 0,55$, à raison de 1,40 t/jour, et contenant 240 kg de carbonate d'ammonium technique par tonne d'engrais liquide. Après préchauffage à 90°C de l'eau résiduaire injectée dans la colonne de rectification, il a été nécessaire d'amener dans la cornue de la colonne de rectification 20,9 GJ/jour d'énergie calorifique, à une température de 120 à 130°C. Dans le condenseur de la colonne de rectification, on a utilisé la chaleur de condensation pour préparer de l'eau industrielle chaude. Dans ce but, on a utilisé 17,1 GJ/jour d'énergie calorifique.

Exemple 2

Une variante de l'exemple ci-dessus consiste à utiliser un agent de coagulation, ici le chlorure de fer(III). Le chlorure de fer(III) a été dosé dans l'eau résiduaire désammoniaquée, en aval de l'échangeur de chaleur, à raison de 1 kg de FeCl_3 par tonne d'eau résiduaire, soit 90,7 kg de FeCl_3 /jour, ce après quoi l'eau résiduaire a été envoyée dans un bassin de décantation, après traversée d'une cuve à agitation mécanique. Il en est résulté une floculation des substances colloïdales, qui se sont séparées de l'eau résiduaire, et les floccs se sont séparés par sédimentation. L'eau résiduaire jaunâtre limpide, avec une DBO de 1300, a été envoyée du bassin de décantation au bassin de post-épuration aérobie.

Exemple 3

Lors de la fermentation conduisant à la formation de méthane, on a obtenu dans un fermenteur, pour chaque tonne de lisier ayant un extrait sec de 8 %, 13,3 m³, c'est-à-dire environ 13,5 kg d'un biogaz ayant une énergie de 300 MJ (83,6 kWh). Dans un filtre à bande, on a obtenu à partir du lisier un compost ayant un extrait sec de 30 %, en une quantité de 0,267 tonne, en même temps que 0,720 tonne d'eau résiduaire, laquelle a été envoyée dans l'unité d'enrichissement en ammoniac. La teneur en ammoniac de l'eau résiduaire était de 2 g/kg. L'eau résiduaire, alcalinisée par addition de chaux à raison de 3,3 kg d'oxyde de calcium pur par tonne de lisier traité, a été préchauffée à 92°C dans un échangeur de chaleur et injectée dans la colonne d'épuisement. Pour abaisser la teneur en ammoniac de 2 g à 0,2 g par kilogramme d'eau résiduaire, pour une volatilité relative de l'ammoniac par rapport à l'eau égale à 21 (Perry R.H., Chilton C.H. : Chemical Engineer's Handbook, 5ème édition, p. 3-67,68), le rapport théorique minimal entre le débit de vapeur sortant en tête de la colonne d'épuisement et le débit du liquide injecté est de 0,0448. Le rapport réel est de 30 % plus élevé que la valeur minimale. Dans ces conditions, on a obtenu en tête de la colonne d'épuisement 41,9 kg de vapeur, qui contenaient 1,3 kg d'ammoniac, ces quantités s'exprimant par tonne de lisier traité. Pour la formation de cette vapeur, on a introduit dans la cornue 94,7 MJ (26,7 kWh) d'énergie. L'eau s'est chauffée dans la colonne d'épuisement de 92 à 100°C. Pour ce chauffage, il a fallu introduire dans la cornue 24,1 MJ (6,7 kWh) par tonne de lisier traité. Dans la cornue, il a fallu ainsi introduire 118,8 MJ (33 kWh) d'énergie dans l'eau résiduaire provenant d'une tonne de lisier. Cette chaleur est obtenue par la combustion de biogaz. Pour un rendement de 81,5 % de la chaleur obtenue dans le biogaz par combustion, il faut brûler le biogaz avec une énergie de 145,8 MJ (40,5 kWh). Cela signifie que l'on a utilisé pour enlever l'ammoniac 48,6 % du biogaz produit. Les vapeurs sortant en tête de la colonne d'épuisement ont été envoyées dans la colonne d'enrichissement, dans laquelle on a élevé de 31 à 80 g par kilogramme du mélange

de vapeur la teneur en ammoniac. Dans un condenseur, on a procédé à une condensation totale du mélange de vapeurs. On a obtenu une eau ammoniacuée contenant 80 g d'ammoniac par kg d'eau ammoniacuée, ou encore, en d'autres termes, on a obtenu

5 une eau ammoniacuée à 16,5 %, comme on l'exprime plus habituellement sous la forme se rapportant au NH_4OH . Il s'est alors dégagé une quantité de chaleur grossièrement correspondante à la chaleur qui avait été amenée dans la cornue pour former les vapeurs qui sont sorties en tête de la colonne d'épuisement,

10 c'est-à-dire 94,7 MJ (26,3 kWh) par tonne de lisier traité. Cette chaleur a été transmise dans le condenseur au lisier qui a été extrait du fermenteur par pompage et renvoyé dans le fermenteur. Pour chauffer le fermenteur, il a fallu faire appel à 73,6 MJ (20,5 kWh) de chaleur par tonne de lisier

15 traité. Le rendement d'utilisation de la chaleur, dans le système d'échange de chaleur condenseur-fermenteur, était de 77 %. L'eau ammoniacuée a commencé à bouillir à 72 à 73°C sous la pression barométrique normale, et le point de rosée du mélange de vapeurs pénétrant dans le condenseur est alors de

20 97 à 98°C. On a soutiré du condenseur 16,2 kg d'eau ammoniacuée à 16,5 % contenant 1,3 kg d'ammoniac par tonne de lisier traité. L'eau ammoniacuée a été envoyée dans un absorbeur pour y être mise en contact avec le biogaz. Dans cet absorbeur, l'ammoniac contenu dans l'eau ammoniacuée a réagi sur l'anhy-

25 dride carbonique pour donner un engrais qui contenait de l'anhydride carbonique et de l'ammoniac selon un rapport molaire de 0,8. On a extrait de l'absorbeur 18,9 kg d'engrais liquide par tonne de lisier traité. L'absorbeur avait été conçu de façon à pouvoir aussi bien traiter la totalité de la

30 production de biogaz sortant du fermenteur, que seulement la partie de biogaz représentant le produit obtenu à partir du traitement du lisier. Dans le premier cas, la teneur du biogaz en anhydride carbonique est tombée de 35 % à 33 % à 26,5 %, ce qui donne une chute relative de 33 %, tandis que, dans le

35 deuxième cas, cette teneur est tombée à 16,3 %, soit une chute relative de 64 %. Dans les deux cas, on a extrait du biogaz toutes les impuretés acides.

Revendications

1. Procédé pour le traitement de lisier provenant d'excréments de bétail de rapport, éventuellement d'un lisier ayant subi au préalable une fermentation destinée à donner du méthane, caractérisé en ce qu'on alcalinise le lisier par mélange avec de la chaux, qu'on sépare la boue obtenue et qu'on envoie l'eau résiduaire en tête de la partie épuisement d'une colonne de rectification, dans laquelle l'ammoniac est entraîné par de la vapeur d'eau, par contact à contre-courant, puis qu'on l'introduit dans la cornue de la colonne, où un chauffage provoque la formation de la vapeur destinée à l'entraînement de l'ammoniac, et/ou l'eau résiduaire sort du procédé avec une teneur diminuée en ammoniac, qu'on envoie la vapeur d'eau, contenant de l'ammoniac, de la tête de la partie épuisement de la colonne au condenseur, dans lequel elle est séparée par condensation pour donner de l'eau ammoniacuée, et qu'on envoie l'eau ammoniacuée dans un absorbeur, où elle est mise en contact avec un gaz contenant de l'anhydride carbonique, l'anhydride carbonique entrant en solution et formant une liaison chimique entre l'anhydride carbonique et l'ammoniac, de façon qu'il sorte de l'absorbeur une solution d'ammoniac chimiquement fixé par l'anhydride carbonique et un gaz à teneur réduite en anhydride carbonique.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la vapeur d'eau contenant de l'ammoniac et provenant de la partie épuisement de la colonne traverse, avant de pénétrer dans le condenseur, une colonne d'enrichissement dans laquelle, grâce à un contact à contre-courant avec le reflux formé par une partie de l'eau ammoniacuée sortant du condenseur, la teneur du mélange de vapeur d'eau et d'ammoniac en ammoniac est augmentée.

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'eau résiduaire alcalinisée subit un préchauffage, avant de pénétrer dans la colonne de rectification, dans un échangeur de chaleur, sous l'effet de l'eau résiduaire sortant du procédé et ayant une teneur réduite en ammoniac.

4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on utilise l'énergie passant dans le condenseur lors de la

condensation, provenant du mélange de vapeur d'eau et d'ammoniac, pour préparer de l'eau industrielle chaude et/ou pour le chauffage, éventuellement en utilisant la fermentation conduisant à du méthane pour chauffer le fermenteur.

5 5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on introduit dans l'absorbeur, en tant que gaz contenant de l'anhydride carbonique, des fumées, et éventuellement le biogaz, qui se forment lors de la production d'énergie calorifique par combustion de substances contenant du carbone, et
10 éventuellement lors de la fermentation conduisant à la production de méthane.

6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'eau résiduaire se trouvant dans la cornue de la colonne est stérilisée, les dimensions de la cornue étant choisies
15 de façon à assurer dans la cornue un temps de séjour de l'eau résiduaire suffisant pour assurer la stérilisation.

7. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on ajoute au lisier et/ou à l'eau résiduaire un agent de floculation et/ou de coagulation.